SciFinder

Page: @ /

Bibliographic Information

Tertiary amines. Jenny, Ernst. (C I B A Ltd.). (1960), CH 349993 19601231 Patent language unavailable. CAN 55:87136 AN 1961:87136 CAPLUS (Copyright 2004 ACS on SciFinder (R))

Patent Family Information

Patent No. No.	<u>Kind</u> Date	<u>Date</u>	<u>Application</u>
CH 349993	<u></u>	19601231	СН

Abstract

Dialkylformamides react with COCl2 in dry solvents, e.g. PhCl, CHCl3, CCl4, to give dialkylaminodichloromethanes and CO2. Thus, HCONMe2 38 in dry CCl4 600 at 15-20° was treated with COCl2 50 to give Me2NCHCl2 64 parts, needles, m. 70° (decompn.).



Klassierung:

12q, 1/01

SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT

Gesuch eingereicht:

27. August 1956, 18 Uhr

EIDGENÖSSISCHES AMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Patent eingetragen:

15. November 1960

Patentschrift veröffentlicht: 31. Dezember 1960

HAUPTPATENT

CIBA Aktiengesellschaft, Basel

Verfahren zur Herstellung von neuen tertiären Aminen

Dr. Ernst Jenny, Basel, ist als Erfinder genannt worden

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von neuen tertiären Aminen, nämlich auf die Herstellung von Dichlor-(dialkvlamino)-methanen der Formel

Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man ein Dialkylformamid mit Phosgen behandelt. Hierbei verwendet man mit Vorteil ein Dialkylformamid mit niedrigmolekularen Alkylgruppen wie Diäthylformamid oder insbesondere Dimethylformamid. 15

Die Behandlung des Dialkylformamids mit dem Phosgen erfolgt zweckmäßig in einem wasserfreien, inerten, organischen Lösungsmittel. Gute Ergebnisse werden beispielsweise mit halogenierten Kohlenwasserstoffen, wie Chlorbenzol, Dichlorbenzolen, Tetrachloräthan, Chloroform oder insbesondere mit Tetra- 40 chlorkohlenstoff, als Lösungsmittel erzielt. Durch Einleiten von Phosgen in eine derartige Lösung des Dialkylformamids gestaltet sich die Umsetzung sehr einfach. Man arbeitet mit Vorteil etwa bei Raumtemperatur oder etwas darunter, z. B. bei Tempera- 45 turen zwischen 10 und 20°.

Es kann angenommen werden, daß zuerst eine Anlagerung von Phosgen an das Dialkylformamid stattfindet und aus in dieser Weise erhaltenen Anlagerungsprodukten Kohlendioxyd abgespalten wird. 50 Ohne Berücksichtigung der Anlagerung läßt sich die Reaktion des vorliegenden Verfahrens wie folgt formulieren:

55

Alkyl H Cl Alkyl Cl
$$N-C=O+O=C$$
 $N-CH+CO_2$ Alkyl Cl Alkyl Cl

Dementsprechend wird bei der Umsetzung von 25 1 Molekül Dialkylformamid mit 1 Molekül Phosgen 1 Molekül Kohlendioxyd freigesetzt, was durch experimentelle Befunde bestätigt werden konnte.

Wenn die Umsetzung in einem Lösungsmittel vorgenommen wird, besteht das Reaktionsgemisch prak-30 tisch nur noch aus dem Lösungsmittel und dem im allgemeinen darin suspendierten Dichlor-(dialkylamino)-methan. Zur Gewinnung eines für die meisten Zwecke genügend reinen Dichlor-(dialkylamino)-methans braucht man in diesem Falle lediglich nach 35 beendeter Umsetzung das Lösungsmittel aus dem Gemisch abzudestillieren.

Die nach dem vorliegenden Verfahren erhältlichen 60 Dichlor-(dialkylamino)-methane sind wertvolle Hilfsund Zwischenprodukte für die Herstellung von Farbstoffen oder andern Produkten. Sie sind sehr reaktionsfähig. Mit Wasser zerfallen sie rasch in Salzsäure und vermutlich Dialkylformamid. Arylverbin- 65 dungen mit leicht abspaltbarem Wasserstoffatom können die Dichlor-(dialkylamino)-methane unter Abspaltung von Chlorwasserstoff anlagern.

Im nachfolgenden Beispiel bedeuten die Teile, sofern nichts anderes bemerkt wird, Gewichtsteile, die 70 Prozente Gewichtsprozente, und die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.

BNSDOCID: <CH 349993A | >